

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平4-3244

⑤ Int. Cl. 5

B 01 D 46/00
39/20
B 01 J 35/04
B 32 B 18/00

識別記号

3 0 2
D
3 0 1 E

庁内整理番号

7059-4D
7059-4D
2104-4G
7148-4F

⑭公告 平成4年(1992)1月22日

発明の数 1 (全6頁)

⑮発明の名称 セラミックハニカム構造体の開口端面封止体の製造方法

⑯特 願 昭60-284359

⑰公 開 昭62-144726

⑱出 願 昭60(1985)12月19日

⑲昭62(1987)6月27日

⑳発 明 者 大 鷹 昌 司 三重県三重郡朝日町大字小向778番地の2

㉑発 明 者 浅 井 鐘 治 愛知県名古屋市南区岩戸町4丁目59番地の1

㉒出 願 人 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

㉓代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

㉔審 査 官 松 本 悟

1

2

㉕特許請求の範囲

1 セラミックハニカム構造体の開口端面にフィルムもしくはマスクを設けて該フィルムもしくはマスクの所定開口部から、セラミック封じ材をセラミックハニカム構造体の貫通孔へ導入するセラミックハニカム構造体の開口端面封止体の製造方法において、粘度が50~1500ボイズのセラミック封じ材を該貫通孔へ導入後2分以内に、100~300℃の温度で乾燥開始し、固化乾燥した後焼結することを特徴とするセラミックハニカム構造体の開口端面封止体の製造方法。

発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、ディーゼルエンジンの排出ガス中の微粒子の除去あるいは化学工業用に用いられるセラミックハニカムフィルタ、あるいは熱交換用のセラミックハニカム構造体の製造法に関するものであり、より詳細には、セラミックハニカム構造体の開口端面の封止方法に関する。

(従来技術)

セラミックハニカム構造体の開口端面の封止方法に関して、セラミックハニカム構造体の開口端面にフィルムもしくはマスクを設けて該フィルムもしくはマスクの所定開口部から、セラミック材料をセラミックハニカム構造体の貫通孔へ導入して、セラミックハニカム構造体の開口端面を封止

する方法が知られている。(特開昭57-7215号公報および特開昭59-54683号公報)

特開昭57-7215号においては、セラミック材料としてダイラタンシーを有するものが用いられ、特開昭59-54683号においては、封じ材を含むスラリーにデツピングした後坯土状の封じ材を圧入することが開示されている。

(問題点)

ところが、封じ材としてダイラタンシーを有するものを使用した場合には、フィルムに穿孔された孔径がセラミックハニカム構造体の貫通孔の大きさに較べて小さいため貫通孔を構成する隔壁と封じ材とを緊密に封止することができなかつたり、また封じ材のダイラタンシー特性によりフィルムの穿孔部で封じ材がブリッジされ、貫通孔にうまく導入されない欠点があつた。

また、封じ材を含むスラリーを単にデツピングする方法では、封止部の中央が十分に封止できない欠点を有しており、封じ材として2種類の封じ材を用いることは工程が二工程となり量産に不適であつた。

(解決手段)

本発明は、このような問題点を解消するためになされたもので、その目的とするところは、セラミックハニカム構造体の貫通孔の端部を信頼性高く封止する方法を提供するもので、セラミックハ

3

ニカム構造体の開口端面にフィルムもしくはマスクを設けて該フィルムもしくはマスクの所定開口部から、セラミック封じ材をセラミックハニカム構造体の貫通孔へ導入するセラミックハニカム構造体の開口端面封止体の製造方法において、粘度が50～1500ボイズのセラミック封じ材を該貫通孔へ導入後2分以内に、100～300℃の温度で乾燥開始し、固化乾燥した後焼結することの特徴とするセラミックハニカム構造体の開口端面封止体の製造方法である。

(実施例)

以下、本発明の詳細を第1図の工程図によつて具体的に説明する。

まず、第1の工程はセラミックハニカム構造体を準備することである。セラミックハニカム構造体の材質としては、コージェライト、アルミナ、ムライト等の耐熱性、耐熱衝撃性等の性質を有するものが用途により選ばれる。また、貫通孔の形状および全体の寸法形状もまた用途により定められるが、本発明の方法が適用されるセラミックハニカム構造体は、主としてセラミックフィルター等であるので、フィルターの特性である濾過面積および圧力損失から貫通孔の密度は2～100個/ cm^2 のものに好適である。

製造法としては、押出成形が一般的に採用され、焼成品あるいは成形品が準備される。

つぎの工程は、セラミックハニカム構造体の開口端面にフィルムを貼る工程である。

フィルムとしては、セラミックハニカム構造体の開口端面の封じ材が導入される所定の貫通孔に対応する箇所が予め穿孔されたフィルムが使用されても、フィルムを貼った後で所定箇所を穿孔してもよい。また、この工程はフィルムに限られるものではなく、ゴム製の予め穿孔されたマスクを使用してもよい。

つぎの工程は本発明の実施に際して、最も重要な工程で、穿孔部よりセラミック封じ材を所定の貫通孔内に導入する工程である。

封じ材の主成分としては、セラミックハニカム構造体の材質と同じものが好ましく、一例を挙げるとコージェライト質、アルミナ質、ムライト質などである。これらの主成分以外に、バインダーおよび水等の可塑剤が含有される。バインダーとしては、後記するように、封じ材を速やかに乾燥

4

するために、メチルセルロース、ポリビニールアルコール、カルボキシメチルセルロース、澱粉糊、ポリエチレンオキサイド等の加熱により迅速に固化するものが好ましい。

- 5 封じ材の一例としてコージェライト質の場合、コージェライト粉末あるいは焼成後コージェライト質となる所定の原料配合された素地100重量部に対して、メチルセルロース0.2～5.0重量部、グリセリン5～15重量部、ポリエチレンオキサイド10 0.1～2重量部のバインダーを添加し、可塑剤として水25～40重量部加えて混練し、所定の粘度の調節されたものが用いられる。

封じ材の粘度は、封じられるセラミックハニカム構造体の貫通孔の大きさによつて選択される。例えば、貫通孔の密度が2個/ cm^2 の場合は、その貫通孔の大きさは一辺の長さが約7mmの多角形あるいは約7mm径の円形の比較的大きい場合であるが、この場合、粘度が比較的大きいものまで選択できる。但し、粘度が極端に小さい場合には、1 10 回の工程で封止ができない場合があるので、この場合には、封じ材の導入および後の乾燥固化工程を繰返すことにより構成される。

反対に、貫通孔の密度が200個/ cm^2 の場合には、貫通孔は約1mmの多角形あるいは約1mm径の円形である小さい場合であるが、この場合には粘度は比較的小さいものが選択される。

本発明では、対象とするセラミックハニカム構造体の貫通孔の大きさからみて、封じ材の粘度は50～1500ボイズ、好ましくは100～800ボイズに調整されたものが好ましい。

粘度範囲を限定する理由は、50ボイズ未満では、封じ材とセラミックハニカム構造体の隔壁と緊密性は良好であるが、開口端面の中央部の封じ部分に小孔が発生し易いためであり、1500ボイズを越えると封じ材と隔壁の緊密性が悪く、特に貫通孔の形状が正方形の場合、その隅部が緊密に封止できなくなるからである。

粘度の調整は、主成分の粒度および量、バインダーの種類および量、および水等の溶剤によつてなされる。

セラミック封じ材の貫通孔中への導入方法としては、圧入、デッピング等が採用され、セラミックハニカム構造体の開口端面の片側ずつあるいは両側を同時に導入してもよい。

つぎの工程は、貫通孔へ導入された封じ材を乾燥する工程である。

封じ材の乾燥は、貫通孔へ導入された直後に実施される。乾燥開始時間は、封じ材が導入されてから2分以内に行うことが必要である。

この理由は、特に粘度が小さい場合には、封じ材が貫通孔を形成する隔壁の開口部に浸透して、隔壁との封じ性が良好になる一方、中央部に封じ部が形成されないためである。さらには、封止部の中央部に小孔が発生し易くなるためである。一例を挙げると、粘度が100～300ボイズの場合、圧入から乾燥までの時間は1分以内、好ましくは30秒以内である。封じ部の乾燥方法は、封止材の性状にあわせて適切な方法が選択され、熱風、ガスバーナによる加熱、ニクロムヒータ、赤外線ヒータなど電氣的な加熱の手段がとられる。乾燥温度としては、100～300℃が好ましい。この理由は、100℃未満の場合には、乾燥不十分で次の工程での取扱で封じ材が剥離脱落する恐れがあり、仮に剥離脱落しなくても乾燥時間が長くなる欠点があるからである。また、300℃を越えると、封じ材に含有するバインダー等が消失し、封じ材の貫通孔への密着強度が劣化する傾向にある。さらに、セラミックハニカム構造体として、未焼成品であ

第

る成形体を対象とする場合には、ハニカム構造体中に含有するバインダー等が消失して、ハニカム構造体の強度劣化を引き起こし、クラックや欠けを生じ易くなる。

5 乾燥時間は、封じ部が固化するに十分な時間を以て行われ、製品の形状、乾燥温度、封じ材の粘性等により設定されるが、概ね0.5～3分である。

最後の工程は、封じ材を焼結する工程である。

セラミックハニカム構造体の焼成品の場合には、10 焼結条件は封じ材の主成分により定められる。例えば、コーゼライト質の場合には、1400℃、4時間である。一方、セラミックハニカム構造体が未焼成品の場合には、セラミックハニカム構造体の材質、寸法形状も考慮して定められる。

15 実施例

セラミックハニカム構造体として、第1表に示す3種類を準備した。ついで第2表に示す封じ材を用いて、第3表に示すような条件でセラミックハニカム構造体の開口端面の貫通孔を封じた。

20 このようにして得られたセラミックハニカム構造体の開口端面封止体の封じ部を光投影機で肉眼評価した。その結果を第4表に示す。この結果から明らかなように、本発明の方法による封止体は優れたものである。

1

表

No.	材質	製品の状態	セラミックハニカムの形状				
			直径 (mm)	高さ (mm)	壁厚 (mm)	セル数 (個/cm ²)	セル形状
A	コーゼライト	焼成品	144	150	0.4	15.5	正方形
B	ムライト	焼成品	120	150	0.3	31.0	正方形
C	コーゼライト	未焼成品	120	150	0.4	15.5	正方形

第 2 表

(単位：重量%)

No.	主成分	メチルセルロース	ポリエチレンオキサイド	ポリビニールアルコール	カルボキシメチルセルロース	グリセリン	減水剤	水
a	コージェライト	0.5	0.2	—	—	10	0.3	18~32
b	ムライト	1.0	—	5.0	—	—	—	40
c	コージェライト	0.5	—	—	3.0	—	—	40

第 3 表

No.	セラミックハニカム構造体	封じ材		封じ方法	封じ材の圧入から乾燥開始迄の時間(秒)	乾燥条件			焼成条件	
		組成	粘度(P)			時間(秒)	方法	温度(℃)	温度(℃)	時間(時間)
1	B	b	50	フィルム	15	60	電気加熱	250	1420	6
2	C	c	50	マスク	30	60	熱風	300	1410	2
3	A	c	50	マスク	120	60	熱風	400	1410	2
4	B	a	100	フィルム	120	60	電気加熱	250	1420	6
5	A	a	250	マスク	30	180	熱風	80	1400	4
6	A	a	250	マスク	120	180	熱風	80	1400	4
7	A	a	250	マスク	90	120	熱風	100	1400	4
8	C	a	250	マスク	60	90	熱風	200	1400	4
9	B	c	250	マスク	30	60	熱風	300	1410	2
10	B	b	300	フィルム	15	60	電気加熱	250	1420	6
11	B	b	300	フィルム	30	60	電気加熱	250	1420	6
12	B	b	300	フィルム	60	60	電気加熱	250	1420	6
13	B	b	300	フィルム	120	60	電気加熱	250	1420	6
14	B	b	600	フィルム	30	60	電気加熱	250	1420	6
15	A	a	1500	マスク	90	120	熱風	100	1400	4
16	C	c	1500	マスク	30	60	熱風	300	1410	2
17	B	b	300	フィルム	240	60	電気加熱	250	1420	6
18	B	b	1500	フィルム	240	60	電気加熱	250	1420	6
19	A	a	30	マスク	30	120	熱風	80	1400	4
20	B	b	30	フィルム	60	60	電気加熱	250	1420	6
21	C	c	30	マスク	30	60	熱風	300	1410	2

No.	セラミックハニカム構造体	封じ材		封じ方法	封じ材の圧入から乾燥開始迄の時間(秒)	乾燥条件			焼成条件	
		組成	粘度(P)			時間(秒)	方法	温度(℃)	温度(℃)	時間(時間)
22	C	c	30	マスク	15	60	熱風	400	1410	2
23	A	a	2200	マスク	120	120	熱風	80	1410	2
24	C	c	2200	マスク	120	60	熱風	400	1410	2

注 1) No.17~24は参考例

2) 熱風：ニクロムヒータにより空気を加熱し、熱風を封じ面に通風した。

3) 電気加熱：ニクロムヒータの赤熱面より封じ面を置き、封じ面とニクロムヒータの温度を所定の温度になるように設定した。

第 4 表

No.	封じ部の状況	評価結果
1	封じ部に欠陥が見られず	◎
2	封じ部に欠陥が見られず	◎
3	封じ部に欠陥が見られず	○
4	封じ部に欠陥が見られず	◎
5	封じ部に欠陥が見られず	○
6	封じ部に欠陥が見られず	○
7	封じ部に欠陥が見られず	◎
8	封じ部に欠陥が見られず	◎
9	封じ部に欠陥が見られず	◎
10	封じ部に欠陥が見られず	◎
11	封じ部に欠陥が見られず	◎
12	封じ部に欠陥が見られず	◎
13	封じ部に欠陥が見られず	◎
14	封じ部に欠陥が見られず	◎
15	封じ部に欠陥が見られず	◎
16	封じ部に欠陥が見られず	◎
17	封じ部全体に小孔発生	×
18	封じ部全体に小孔発生	×
19	封じ部全体に小孔発生	×
20	封じ部全体に小孔発生	×
21	封じ部全体に小孔発生	×

15

No.	封じ部の状況	評価結果
22	封じ部中央に小孔あり、セラミックハニカム構造体にクラックが発生	×
23	封じ部隅部に空隙あり	×
24	封じ部隅部に空隙ありセラミックハニカム構造体にクラックが発生	×

20

注 1) No.17~24は参考例

2) 評価：◎；最良、○；良、×；悪

25 (発明の効果)

以上の説明から明らかなように、本発明の方法は、封じ材を貫通孔に導入後乾燥開始が即座に行われるので、簡単な操作によって信頼性のあるセラミックフィルタを得ることができる効果を有する。

30

図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法を説明するための工程図である。

35

40

第1図

